(54) INSULATION TREATMENT OF INDUCTION APPARATUS CORE

(22) 21.7.1983

(11) 60-25210 (A)

(43) 8.2.1985 (19) JP

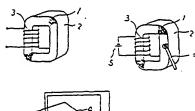
(21) Appl. No. 58-131897

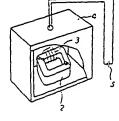
(71) TOSHIBA K.K. (72) KAZUO YAMADA(2)

(51) Int. Cl⁴. H01F41/02,H01F27/24

PURPOSE: To releave a compression stress and reduce an iron loss by a method wherein a DC magnetic field is applied to a core to produce a positive magnetic distortion after a heat treatment or during the cooling process after the heat treatment and a liquid insulation material is applied to the core at that state and cured.

CONSTITUTION: An exciting coil 3 is applied to a toroidal core 2 composed of a wound amorphous magnetic material thin strip 1. The toroidal core 2 is housed in an annealing furnace 4, in which an inert gas such as CO₂ or N₂, is enclosed to prevent oxidization, and subjected to a heat-treatment in a magnetic field. The heat treatment in the magnetic field is carried out by heating under the existence of the DC magnetic field produced by excitation of the toroidal core 2 by connecting the exciting coil 3 to an external DC source 5. After the toroidal core 2 is subjected to the heat treatment in the magnetic field at a prescribed temperature for a prescribed time, the core 2 is taken out of the annealing furnace 4. Then the exciting coil 3 is connected to the DC source 5 again to apply the DC field to the toroidal core 2 and at that state liquid epoxy resin of about 20-1,000 centipoise is applied to the core 2 by brushing 6 or impregnation and then cured.





(54) FORMATION OF THIN FILM

(11) 60-25211 (A)

THE PARTY OF THE PROPERTY OF THE PARTY OF TH

(43) 8.2.1985 (19) JP

(21) Appl. No. 58-133031

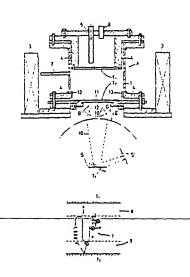
(22) 20.7.1983

(71) KONISHIROKU SHASHIN KOGYO K.K. (72) MASAHIKO NAOE(1)

(51) Int. CF. H01F41/18,C23C14/34//G11B5/85

PURPOSE: To enhance efficiency of sputtering, and to enable to obtain a thin film having the desired film characteristic with favorable reproducibility by a method wherein ionized particles generated at the sputtering part of an opposite target system led out outside using an electric field or controlling energy, and deposited on a supporter.

CONSTITUTION: After ions in plasma generated at a sputtering part A (the degree of vacuum is 10⁻³-10⁻⁴Torr) are accelerated according to accelerating electrodes 13 at the cathode drop part 9 of an under part target T₂, pass through small holes 11, 12 being decelerated according to an electric field between the target T₂ and a grid G, and led out according to energy corresponding to the potential difference between a substrate S and plasma. The led out ion beam 10 is converged according to action of an electric field E formed on a lead-out part—B—(the-degree-of-vacuum—is—10=3-Torr-or-more),—and-injected—into-the-substrate S. Accordingly, by changing an anode voltage Vp to be applied to the accelerating electrodes (or anodes) 13, the ion beam 10 can be led out with favorable efficiency according to action of the grid G by controlling energy of depositing ions (FexN, etc.) onto the substrate S, and can be led on the substrate S.



(54) MANUFACTURE OF MAGNETIC ALLOY FILM

(11) 60-25212 (A)

(43) 8.2.1985 (19) JP

(21) Appl. No. 58-133250

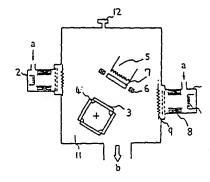
(22) 21.7.1983

(71) HITACHI SEISAKUSHO K.K. (72) KATSUYA MITSUOKA(6)

(51) Int. Cl⁴. H01F41/18,C23C14/14,C23C14/34

PURPOSE: To enable to manufacture a film body having small coercive force according to a simple method by a method wherein the magnetic alloy film is formed on a substrate according to sputtering in the specified high vacuum.

CONSTITUTION: When sputtering is performed in the high vacuum of 10-torr or more, coercive force of thus obtained magnetic alloy film is made small as to 0.40e or less. For example, gas such as Ar, etc. is introduced into an ion source 1 as to enable to perform sputtering in a high vacuum, and ions generated in the ion source 1 are led into a high vacuum region 11 to be utilized. The led out ion beam is made to collide with a target material 3 used as to form a film and put on a target holder 4 inclining to the beam, the atoms of the target material 3 are sputtered therefrom according to the ion beam, and deposited on a substrate 7. Coils 6 are provided on both the sides of the substrate 7 to apply a magnetic field in one direction at magnetic film depositing time a heater 5



(1) 日本国特許庁 (JP)

⑩特許出願公開

⑩公開特許公報(A)

昭60-25211

DInt. Cl.4

識別記号

庁内整理番号 7354-5 F ❸公開 昭和60年(1985)2月8日

H 01 F 41/18 C 23 C 14/34 // G 11 B 5/85 7354—5 E 7537—4 K 7314—5 D

発明の数 1 審査請求 未請求

(全 8 頁)

匈薄膜形成方法

20特

顧 昭58-133031

②出 願 昭58(1983) 7月20日

⑩発 明 者 直江正彦

東京都大田区北千束1-36-10

日野市さくら町1番地小西六写 直工業株式会社内

⑪出 願 人 小西六写真工業株式会社

東京都新宿区西新宿1丁目26番

2号

個代 理 人 弁理士 逢坂宏

外1名

明 知 型

発明の名称

-- 蒋- 頤 形 - 成 - 方 - 法 -

特許請求の範囲

1. 互いに対向した複数のターゲット間において 生ぜしめたプラスマによって前記ターゲットをス パッタし、発生したイオン化粒子を電界の作用下 にターゲット外の所定方向へ導出し、この導出さ れたイオン化粒子を支持体上に堆積せしめること を特徴とする薄膜形成方法。

発明の詳細な説明

1. 産業上の利用分野

本発明は薄膜(例えば Fex N 膜)形成方法に関するものである。

2. 従来技術

従来、磁気テープ、磁気ディスク等の磁気記録 媒体は、ビデオ、オーディオ、ディジタル等の各 磁電気信号の記録に幅広く利用されている。 基体 上に形成された磁性層(磁気記録層)の面内長手 方向における磁化を用いる方式においては、新規 の磁性体や新しい塗布技術等により高密度化が計 られている。また一方、近年、磁気記録の高密度 化に伴い、磁気記録媒体の磁性層の厚さ方向の磁 化(いわゆる垂直磁化)を用いる垂直磁化記録方 式が、最近になって提案されている(例えば、「 日経エレクトロニクス」1978年8月7日号14192)。 この記録方式によれば、記録波長が短くなるに伴 って媒体内の残留磁化に作用する反磁界が減少す るので、髙密度化にとって好ましい特性を有し、 本質的に髙密度記録に適した方式であり、現在実 用化に向けて研究が行なわれている。これらの面 内長手記録方式と垂直記録方式においては、記録 再生ヘッド材として窒化鉄(FexN)を構成材料 とするものが考えられる。FexN膜を形成する方 法としてこれまで、Ar+Nガス雰囲気中でFe ターゲットをスパッタする方法、又はNiガス雰囲 気中でFe を蒸着する方法が知られている。しか しながら、この公知の方法では、従来、磁性膜(Fex N) を堆積させる上での条件の各パラメータ

の相互関係については充分な検討がなされておらず、このために磁性膜を再現性良く形成して特性 良好なものを確実に得ることができない。

3. 発明の目的

本発明の目的は、スパッタ法に基いて上記磁性 膜の如き薄膜を形成する際に特性良好な薄膜を再 現性良く得ることのできる方法を提供することに ある。

4. 発明の構成

即ち、本発明は、互いに対向した復数のターゲット間において生ぜしめたプラズマによって前記ターゲットをスパッタし、発生したイオン化粒子を電界の作用下にターゲット外の所定方向へ 尋出し、この導出されたイオン化粒子を支持体上に堆積せしめることを特徴とする深膜形成方法に係るものである。

5. 实施例

以下、本発明の実施例を図面について詳細に説明する。

第1図~第7図は、薄膜(例えば Fex N膜)を

形成するのに使用する本実施例によるイオンピー ム発生装置及びその動作原理を示すものである。

第1図に示す装置は基本的には、対向ターゲットスパッタ部Aと、このスパッタ部からイオン化 粒子を導出するイオンピーム導出部Bとからなっている。

スパッタ部Aにおいて、1は真空槽、2はてガスに打りて10~10 Torr 程度に設定するかった。真空槽1の排気をは図示でである。真空槽1の排気をは図示された。ターゲットにでは図示された。クーゲットではでは、クーゲットでではないができませんが、でいたがである。これらのターゲットではは、外部ののかった対向のターゲットではは、外部のがで発生する。なお、図中の5はたるであり、13は加速用の電極である。

このように構成されたスパッタ装置において、 平行に対向し合った両ターゲットTi、Taの各装面 と垂直方向に磁界を形成し、この磁界により陰極

この往復運動の間に、「電子は中性の雰囲気ガスと衝突して雰囲気ガスのイオンと電子とを生成させ、これらの生成物がターゲットからの「電子の放出と雰囲気ガスのイオン化を促進させる。従って、ターゲットTrーTで間の空間には高密度のプラスマが形成され、これに伴ってターゲット物質が充分にスパッタされることになる。

この対向ターゲットスパッタ装置は、他の飛翔 手段に比べて、
高速スパッタによる高堆積速度の 製膜が可能であり、また基体がプラズマに直接曝されることがなく、低い基体温度での製膜が可能である。

第5図は、上記装置を動作させる際の電気回路 系を概略的に示すが、加速電極13に加速電圧 V p .を印加した状態で、両クーゲット Ti、 Taに負電圧 V: を与え、かつグリッド C を接地している。また、イオンピーム み出部 B 例に配した 基板 S も接地している。第 6 図は各部のポテンシャル分布を示し、 Vp は 0~200 Vに、 V: は500~1000 Vに設定される。

で効率良くイオンピーム10を引出し、基板S上へ 弱びくことができる。また、基板Sのある側は10 Torr 以上の高真空に引かれているので、クリー ンで不純物の少ない磁性膜を堆積させることがで きる。

なお、イオンピームを引出す側に配されたターケットでの小孔11、12は必要以上に大きくしない方がよいが、あまり大きくするとスパッタ部Aと尋出部Bとのガス圧差によって基板S側へ不要なガスがリークして堆積膜の純度低下が生じ易く、或いはターゲットで及びグリッドGの強度面でも望ましくなく、しかもターゲット面積が減少してスパッタ効率も低下し易くなることが考えられる。

以上に説明した方法及び装置によって、例えば第7図に示す如く、基板S上に厚さ例えば2000 AのFexN磁性膜14を有する磁気テープ、磁気ディスク等の磁気記録媒体を作成することができる。この磁気記録媒体は、面内長手記録用又は垂直磁気記録用として好適な磁性膜14を有したものとなっている。また、第8図に示す如く、磁気記録媒

休15を垂直磁気記録するのに用いる補助磁極16に 対向した主磁極17として、そのガラス基板S上に 上記のFexN磁化膜14を堆積させたものを使用す ることもできる(図中、18は磁化膜保持用として のガラス板)。或いは、第8図以外にも、通常の 磁気ヘッド、薄膜ヘッドにも上記磁化膜14を形成 することもできる。

次に、上記の磁化膜(FexN)について、実験 結果に基いて更に詳述する。

(A)、FexN膜の構造

形成された膜は、すべて結晶性を示し、その結晶構造は窒素ガス混合率、基板温度(Ts) およびイオン加速電圧(Vp)に依存して変化した。

第9図に、全圧Ptotal = 5×10 Torr、VP = 20 V (一定) の条件で作製した膜の結晶構造と、R_{tr}、Ts の関係を示す(但し、基板は(111) Si 基板)。Ts = 200 ての場合、形成される結晶相は P_{tr}の上昇とともに、α-Fe と r'-Fe+Nの混相 ー r'-Fe+N単相 → c-Fe,Nと c-Fe₂Nの混相 ー r'-Fe+N単和 → c-Fe,Nと c-Fe₂Nの混相 ー c-Fe₂Nが変化し、膜の窒化皮が高まっ

ていく。また、 α - Fe 、 r' - Fe+ Nの混相膜には、面間隔1.9 ~2.0 人を持つ不明の結晶相(U.K.) が存在していた。 Ts が200 で以上に上昇すると、各領域間の境界は高 Pa側に移動する。 Ts が200 で以下の場合にも、 Ts が減少すると いの 窒化度が減少する傾向が見られ、 Ts = 80 で、 Pal 4×10^7 Torr では、 α - Fe 相のみが形成された

第10図に、種々の条件で形成された膜の一例のX線回折図形を示す。形成される相のうち、 6 相及び C 相は C 110 N 市 に C 構造の a - F e 相は C 110 N 市 に C 構造の a - F e 相は C 110 N 市 に C 構造の a - F e 相は C 100 N 市 に C 構造の a - F e 和は C 100 N 市 に C を R で L と な を R が C 中性粒子のみを R が C 中性粒子のみを R が C で に な の な の な の な で に と と も に C 4 の に 110)、 (111) 面(各相の 最密 充 場面) が 配 向 する 例 向を 示すことから、 上述の 結果 は な 本 免 明 の る は で は 性 な 子 の 持 つ で に 進 な オ の に 近 エ ネ ル ギ ー を 一 接 な 方 向 性 が 膜 の 配 向 を 促 ま ス ル ギ ー を 一 接 な 方 の 性 が 膜 の 配 回 を 促 ま ス ル ギ ー を 一 接 な 方 の 性 が 膜 の 配 回 を 促 ま ス ル ギ ー ギ な 方 の 性 が 膜 の 配 回 を に ま ス ル ギ ー を 一 接 な 方 の 性 が 膜 の 配 回 を に ま ス ル ギ ー ギ な 方 の 性 が 膜 の 配 回 を に ま ス ル ギ ー を 一 接 な 方 の 性 が 膜 の 配 回 を に ま ス ル ギ ー を 一 接 な 方 の 性 が 膜 の 配 回 を に ま ス ル ギ ー を 一 接 な 方 の 性 が 膜 の 配 回 を に ま ス ル ギ ー を 一 接 な 方 の 性 が 膜 の 配 回 を に ま ス ル ギ ー を 一 接 な 方 の 性 が 膜 の 配 回 を に ま ス ル ギ ー を ー 接 な 方 の 性 が 膜 の 配 回 を に ま ス ル ギ ー を ー 接 な 方 の 性 が 膜 の 配 回 を に ま ス ル ギ ー を ー 接 な 方 の 性 が 膜 の 配 回 を に ま ス ル ギ ー を ー 接 な 方 の 性 が 膜 の 配 回 を に ま ス ル ギ ー を ー 接 な 方 の 性 が 膜 の 配 回 を に ま ス ル ギ ー を ー 接 な 方 の 性 が 膜 の 配 回 を に ま ス ル ギ ー を ー 接 な ア い に ま ス ル ギ ー を ー 接 な ア い に ま ス ル ギ ー を ー 接 な ア い に ま ス ル ギ ー を ー 接 な ア い に ま ス ル ギ ー を ー 接 な ア い に ま ス ル ギ ー を ー 接 な ア い に ま ス ル ギ ー を ー 接 な ア い に ま れ い に ま ス ル ギ ー を ー 接 な ア い に ま れ い い に ま れ い に ま れ い に ま れ い い に ま れ い い に ま れ い に ま れ い に ま れ い れ い に ま れ い に ま れ い に ま れ い に ま れ い に ま れ い い に ま れ い い に ま れ い い に

ること、および配向する面は堆積粒子の電荷の影響をうけ、化合物の種類によっては最密充城面以外の面が配向しやすくなることを示していると言える。

なお、Ptotal = 5×10Torr . Ru=1.5×10 Torr 、Ts = 150 セー定の条件で作製した膜の X線回折図形のVp による変化を調べた。Vp = 0 Vでは、(110) 面が配向したα-Fe 相の回 折線のみだが、Vp =40VではプーFe+N相(111)、 (200) 面回折位置にプロードなピークが明瞭に 現れ、Vp = 60 V では再び α - Fe 相 (110) 面 の回折線のみとなる。これらは、Vp=0~40V の範囲では、Vp の上昇につれて Y-Fe4N相の 母の割合が増大することを示している。また、 Vp =40 V、Ts =150 でで堆積した膜のブーFe+N 相の配向性はランダムで、前述の Vp = 20 V、 Ts = 200 てで堆積した膜中の が相が (200) 配向を 示したのと異なっていた。 Vp の上昇は、堆積イ オンの運動エネルギーの上昇をもたらすので、基 板の表面温度および堆積粒子の基板表面における

移動度が地大して、その結果、鉄 - 窒素間の反応 が促進されたものと考えられる。 Vp = 60 Vの の まは、イオンの運動エネルギーが過大になる とま 一 窓業間の結合が抑制されるか、または一 度 結合 しても別の粒子による衝撃により、 再 分離 しても別の粒子による衝撃により、 悪 で の 上昇により と 低下すると言える。

(B)、FexN膜の飽和磁化

. 膜の飽和磁化(4 π Ms)は、磁気天秤によって測定した。第11図、第12図に 4 π Ms と各作製条件の関係を示す。 P total $= 5 \times 10^7$ Torr 、 V P = 20 V (一定)の条件で作製した膜の 4 π Ms の Ra および Ts 依存性を示す。 4 π Ms は、 膜の結晶構造が α - Fe + τ' - Fe+ N + U. K. (Unknown)の混相の場合及び τ' 相単相の領域で、 純鉄の 4 π Ms (21.6 KG)を上回る値を示し、 特に両領域の境界近傍では約25 KGと非常に高い値となっている。この高い 4 π Ms は、 τ' 相および U. K. 相に起因していると言える。この高 4 π Ms

の領域は、第9図中に斜線で示したが、この領域 では茁4 m Ms と同時に低Hc も得られ、ヘッド 材として好適なFexN膜となる。報告されている -ビ相の-4-π-M·s-は、上約24-K-G-であり、一本研究で得 られた r′単相膜のそれも22~24KGでほぼ一致し ている。したがって、膜の4πMs が25 K G に遠 するということは、U. K. 相の4πMs が r 相 よりも高いことを意味している。高 4 π Ms 膜が α + τ' + U. K. と τ' 単相領域との境界近傍で得 られたことから、U. K. 相がFerNである可能 性がある。Ptotal = 5 × 10 Torr 、Vp = 20 V のもとで髙4πMs を持つ膜が得られる作製条件 範囲は、Ts = 250 で一定の場合、Pm=1.1 ×10' ~4.0 ×10 Torr (窒素ガス混合比 Pm/ P total = 2.0 ~ 8.0 %)、 Ph= 3 × 10 Torr 一定の場合、 Ts =150 ~250 てであった。これらを通常のRf スパッタ装置を用いて堆積した膜で高い4πMs が得られる条件 Pul Ptotal = 2.7 ~ 4.0 %と比 べると窒素ガス混合率の範囲が広くなっている。 高4πMs を持つFeiNと考えられている相は、

高エネルギー粒子の基板衝突や基板温度の上昇に弱いことが報告されているが、通常のRIスパック法の場合、変素がス混合比の変数変化して変動に化して変動を化して変動を化して変動を化して変数を関連する。これらが結晶の成とと、では、本発明のイオンピーム変化がくなった。は、本のと考えられる。

また、4πMsのPtotalによる変化を測定したところ、Ptotalが上昇するにつれて、高い4πMsを持つ膜が得られる基板温度は上昇する傾向を示すことが分った。これは、Ptotalの上昇にともなう堆積粒子のイオンの割合の減少によって、形成される膜の結晶性が低下するためと考えられる。

第13図に、 4 π Ms の V p による変化を示す。 ここでの試料は、 P total = 5 × 10 T orr 、 T s ■150 でおよび P total = 1 × 10 Torr 、 Ts = 150 での条件で作製したものである。 4 m Ms は、 Vp の上昇にともない減少する傾向を示した。 この結果は、 Fe - N 膜では堆積粒子エネルギーが 30 e V (Vp = 20 V に対応) を越えると膜の短距 離秩序が急速に低下することを示している。

第14図は、上記FexNとしてx=0.5 ~0.6 の組成比のもの(アモルファスFexN)を堆積せしめた場合のヒステリシス曲線を示す。これによれば、Hc=400~600 Oe、例えば500 Oeを示し、磁気記録媒体として好適である(但、公知の試料振動型磁力計で測定)。

以上に述べた結果を要約すると、以下のように なる。

(a)、各膜堆積条件を独立に制御することにより、 Fe - N膜の結晶構造の窒素分圧・基板温度依存性が明らかとなり、再現性良く膜を形成できる。

w に w

れぞれ(110)、(200)而が映而平行に強く 配向していた。これは、堆積粒子の持つ高い運 動エネルギー、一様な方向性および電荷の効果 によるものと考えられる。

(c)、膜の飽和磁化4 m M s は、結晶構造がα+r'+U. K. (Unknown) 混相状態から r 単相に遷移する作製条件領域で、約25 K G と純鉄より高い値を示した。

(d)、高い4 m M s が得られる基板温度は、全圧 P total の減少にともなって低下し、P total が 5×10 T orr 以下の場合、 $150 \sim 250$ でとなった。これから堆積粒子中のイオンの割合を地加させることにより、低基板温度でも膜の秩序度を向上させ得ることがわかった。

このうち、(a) は本発明のイオンピームデポジション法の良好な制御性が、(d) はイオン化の効果が現れたものであり、従来の作成法では形成困難な高品位膜を、このイオンピームデポジション法を用いれば再現性良く形成できることを示しており、イオンピームデポジション法が極めて優れた作製

法であることの証左である。

また、上記の Fex N 膜は、窒素の含有によって、 耐食性が充分となっており、この点でも優れたも のである。

なお、上述した例は種々変形が可能である。 例えば、第1図において、グリッドGを複数板 セットし、イオンビームの制御を程々に行なうこ ともできる。また、下部ターゲットでに小孔11を 形成せず、両ターゲットTi-Ti間の側方に上述し た如きスクリーングリッドを(縦に)配し、ここ からイオンビームを側方へ引出すようにしてもよ い。第1図の例では、基板S上に直接FexN膜を 堆積せしめたが、基板 S の代わりに仮想線で示す 如くに第3のターゲットでを配し、このターゲッ トでにイオンピーム10を衝撃せしめ、叩き出され た(スパッタされた)別のイオン化粒子を上記下 exN粒子と一緒に基板が上に辺びき、両者の混合 膜を基板 S'上に堆積させることができる。例えば、 ターゲットTiとしてパーマロイ (Nin Few) を使 川すれば、猛板S上にはFexNとバーマロイとの

混合物の薄膜が得られる。

6. 発明の効果

本発明は上述した如く、対向クーゲット方式のスパック部で発生せしめたイオン化粒子を電界の作用下(若しくはエネルギー制御下)に外部へ導出し、支持体上に堆積させているので、プラズマを高密度に発生させてスパッタ効率を高め得ると間時に、放出イオンピームを導入ガス圧、制御電圧(加速電圧も含む)等によって正確にコントロールして常に所望の顕特性の薄膜を再現性良く得ることができる。

図面の簡単な説明

図面は本発明の実施例を示すものであって、

第1図はイオンビーム発生装置の断面図、

第2図は対向ターゲットスパッタの原理図、

第3図はイオンビーム導出側のターゲット及び グリッドの平面図、

第4図は第3図のX-X線断面図、

第5図は上記装置の電気回路系を示す図、

第6図は各部のボテンシャル分布図、

第7図は磁気記録媒体の断面図、

第8図は垂直磁気記録方式の断面図、

第9図は堆積膜の結晶構造と窒素分圧、基板温 度との関係を示す図、

第10図は堆積膜の X 線回折図、

第11図は堆積膜の飽和磁化及び抗磁力と窒素分 圧との関係を示すグラフ、

第12図は堆積膜の飽和磁化と基板温度との関係 を示すグラフ、

第13図は堆積膜の飽和磁化と加速電圧との関係 を示すグラフ、

第14図は堆積膜のヒステリシス曲線図

である.

なお、図面に示した符号において、

2 -----ガス導入哲

3……マグネットコイル

10----イオンピーム

11、12 小小孔

13-------陽極 (加速電極)

14 磁性 (化) 颐

である.

代理人 弁理士 逢 坂 宏(他1名)

第 1 図

